

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

# Patent Abstracts f Japan

PUBLICATION NUMBER : 63223155  
PUBLICATION DATE : 16-09-88

APPLICATION DATE : 12-03-87  
APPLICATION NUMBER : 62055264

APPLICANT : SUMITOMO METAL IND LTD;

INVENTOR : YAMADERA YOSHIMI;

INT.CL. : C22F 1/18 B21C 23/00 B21C 29/00 C22C 14/00

TITLE : PRODUCTION OF ALPHA+BETA TYPE TITANIUM ALLOY EXTRUDED MATERIAL

ABSTRACT : PURPOSE: To stably produce an extruded material provided with excellent strength, ductility and toughness, by heating an  $\alpha+\beta$  type titanium alloy billet to a specific temp. range, extruding the same under specific conditions, cooling it and thereafter annealing said billet.

CONSTITUTION: The titanium alloy billet provided with an extra fine isometric  $\alpha+\beta$  structure by working it at  $\geq 50\%$  working rate in the  $\alpha+\beta$  range is heated to the temp. from the  $\beta$  transformation point ~ (the  $\beta$  transformation point + 150°C). The billet is extruded at  $\geq 10$  extrusion ratio and is cooled to 500°C at the cooling ratio of  $\geq 5^{\circ}\text{C/sec}$  in succession. Said billet is then annealed for 0.5~4hr at 700~800°C to decompose the  $\alpha'$  martensite. By this method, the titanium alloy extruded material having the excellent strength, ductility and toughness can be stably obtd. regardless of the product shape and size thereof.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A) 昭63-223155

⑫ Int. Cl. 1

C 22 F 1/18  
B 21 C 23/00  
29/00

識別記号

厅内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)9月16日

H-6793-4K  
A-7415-4E  
7415-4E ※審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称  $\alpha + \beta$  型チタン合金押出材の製造方法

⑮ 特願 昭62-55264

⑯ 出願 昭62(1987)3月12日

⑰ 発明者 岡田 稔 兵庫県尼崎市西長洲本通1丁目3番地 住友金属工業株式会社総合技術研究所内

⑰ 発明者 佐藤 恭博 東京都千代田区大手町1丁目1番3号 住友金属工業株式会社内

⑰ 発明者 速水 寧人 大阪府大阪市此花区島屋5丁目1番109号 住友金属工業株式会社製鋼所内

⑰ 発明者 門河 昌宏 兵庫県尼崎市東向島西之町1番地 住友金属工業株式会社鋼管製造所内

⑰ 出願人 住友金属工業株式会社

⑰ 代理人 弁理士 今井 裕

最終頁に続く

明細書

1. 発明の名称

$\alpha + \beta$  型チタン合金押出材の製造方法

2. 特許請求の範囲

$\alpha + \beta$  域で 50% 以上の加工が行われて緻密な等軸  $\alpha + \beta$  組織とされた  $\alpha + \beta$  型チタン合金ビレットを、 $\beta$  变態点～〔 $\beta$  变態点 + 150℃〕の温度に加熱して押出比 10 以上の押出加工を行うと共に、引き続いて 5℃/秒以上の冷却速度で 500℃ 以下にまで冷却し、その後 700～850℃ の温度で 0.5～4 時間の焼純を行うことを特徴とする、 $\alpha + \beta$  型チタン合金押出材の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

＜産業上の利用分野＞

この発明は、優れた強度、延性並びに韌性を兼ね備えていて、航空機用構造部材等に適用した場合にそれらの更なる性能向上を可能とする“型材”や“管材”等を工業的規模で安定して得るようにした、 $\alpha + \beta$  型チタン合金押出材の製造方法に関するものである。

＜背景技術＞

$\alpha + \beta$  型チタン合金は、優れた韌性を有していることに加えて良好な強度、加工性、成形性ならびに溶接性をも備えていることから、高い比強度と優れた耐食性が注目されているチタン合金の中でも、航空機用構造部材や各種設備・装置類の構造部材として最大の需要を持つものであり、前記構造部材に供するためには、通常、押出成形法によって所望素材形状への成形がなされてきた。

ところで、押出法による  $\alpha + \beta$  型チタン合金の成形は変形抵抗の小さい  $\beta$  变態点以上の温度域で行われるのが一般的であるが、 $\beta$  域初期で成形された押出材では“0.2%耐力”や“延性”等が  $\alpha + \beta$  域押出材に比べて低いと言う問題点があった。

そこで、このような問題点を解消し、十分な強度、延性、韌性等を備えた部材を提供すべく、Ti-6Al-4V 系チタン合金を 850～960℃ の  $\alpha + \beta$  域で押出成形する方法が提案された（特開昭61-193719号）。

特開昭63-223155 (2)

しかしながら、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の加工温度と変形抵抗との関係を示す第1図からも明らかのように、 $\alpha + \beta$ 域(850~960°C)ではやはり変形抵抗が高く、そのため押出製品の寸法や加工度等の面で制限を受け、複雑形状品の製造が困難であるとの問題を如何ともし難かった。

<問題点を解決する手段>

本発明者等は、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の押出成形品に係る上記問題を解決し、強度、延性、韌性が共に優れた $\alpha + \beta$ 型チタン合金の押出成形品を形状・寸法に格別な制限を受けることなく安定製造すべく、様々な観点から研究を行った結果、以下(i)~(iv)に示されるような知見を得るに至ったのである。即ち、

(i)  $\alpha + \beta$ 型チタン合金押出成形品に十分満足できる強度、延性並びに韌性を確保するには、最終製品のミクロ組織を“微細な $\beta$ 粒の中に極めて微細な針状 $\alpha$ が存在する状態”とすることが重要であり、押出の最終形状品を上記ミクロ組織とすれば良好な強度、延性並びに韌性を兼備した $\alpha + \beta$

“微細な $\beta$ 粒の中に極めて微細な針状 $\alpha$ が存在するミクロ組織”を実現するためには、前記急冷後の押出材に所定条件の焼純を施してマルテンサイト( $\alpha'$ )の分解を図る必要があること。

この発明は、上記知見に基づいてなされたものであり、

$\alpha + \beta$ 域で50%以上の加工が行われて微細な等軸 $\alpha + \beta$ 組織とされた $\alpha + \beta$ 型チタン合金ビレットを、 $\beta$ 変態点~( $\beta$ 変態点+150°C)の温度に加熱して押出比10以上の押出加工を行うと共に、引き続いて5°C/秒以上の冷却速度で500°C以下にまで冷却し、その後700~850°Cの温度で0.5~4時間の焼純を行うことにより、優れた強度、延性並びに韌性を兼備した $\alpha + \beta$ 型チタン合金押出材を、複雑な形状・寸法のものであっても容易かつ安定に製造し得るようにした点、に特徴を有するものである。

なお、この発明の方法において、押出条件を上記の如くに限定した理由を説明する。

A) 通用する押出ビレット

$\beta$ 型チタン合金部材が実現されること、

(ii) ただ、変形抵抗の低い $\beta$ 域での押出成形により微細な $\beta$ 粒を得ることは極めて困難なことであるが、思い掛けないことに、押出素材たるビレットとしてその製作時に十分な加工を加えることで容易に実現できる“微細な等軸 $\alpha + \beta$ 組織”を有するものを使用すると共に、押出成形後に適切な処置を講ずれば、 $\beta$ 域押出によても十分に細かな再結晶 $\beta$ 粒が得られ、該微細 $\beta$ 粒中に極めて微細な針状 $\alpha$ を折出させたミクロ組織の実現が可能となること、

(iii) 再結晶 $\beta$ 粒の成長を抑え、かつ延性を低下させる要因である“ $\beta$ 粒界への $\alpha$ 相の折出”を抑えるには、上述のように押出成形後に適切な処置を講じる必要があるが、この処置は“押出成形後そのまま直ちに急冷する”手段でなければならないこと、

(iv) 上記急冷により得られるミクロ組織はマルテンサイト( $\alpha'$ )と針状の $\alpha + \beta$ の混合組織となっているが、十分に高い延性と韌性とを発揮する

押出成形用ビレットとして“ $\alpha + \beta$ 域で50%以上加工された微細な等軸組織を有するもの”を使用することとしたのは、 $\alpha + \beta$ 域での加工率が50%未満ではビレットの組織を所望の微細な等軸 $\alpha + \beta$ 組織とすることが出来ずに針状或いはブレード状の $\alpha + \beta$ 組織となってしまい、このようなミクロ組織のビレットを押出加工しても微細な再結晶 $\beta$ 粒が得られないからである。

B) 押出時の加熱温度

$\beta$ 変態点を下回る温度域での押出では、変形抵抗が高い上、この発明が目指す“微細な $\beta$ 粒の中に極めて微細な針状 $\alpha$ が折出したミクロ組織”を得ることが出来ずに韌性の改善がなされない。一方、( $\beta$ 変態点+150°C)を超える温度で押出すると0.2%耐力、延性及び韌性が劣化することに加えて、表面酸化による肌荒れにより良好な製品を得ることが出来ない。従って、押出時の加熱温度は $\beta$ 変態点~( $\beta$ 変態点+150°C)の範囲と限定した。

C) 押出比

### 特開昭63-223155 (3)

押出比が1.0を下回る加工度では、再結晶 $\beta$ 粒が加工中に成長して0.2%耐力、延性及び韌性の劣化を招くこととなる。従って、押出比は1.0以上と限定した。

#### D) 押出後の冷却速度、並びに急冷終了温度

押出温度からの冷却速度を5℃/秒以上と定めたのは、冷却途中の $\beta$ 粒の成長を抑え、かつ冷却途中で生成する粒界への粗大な $\alpha$ 相の析出を抑制するためであり、冷却速度が5℃/秒未満であると上記抑制作用が十分でないからである。また、急冷終了温度が500℃を上回ると、やはり $\beta$ 粒の成長や粗大な $\alpha$ 相析出の危険がある。従って、押出の終了に引き続き、直ちに冷却速度5℃/秒以上で500℃以下にまで冷却することと定めた。

#### E) 焼純条件

先にも説明したように、冷却した後の押出材のミクロ組織は $(\alpha' + \alpha + \beta)$ の混合組織となっているが、 $\alpha'$ マルテンサイトが最終製品に存在すると著しい韌性低下を招く。従って、冷却後の押出材は700~850℃の温度で0.5~4時間の

焼純を施して $\alpha'$ マルテンサイトの分解を図る必要があるが、焼純温度が700℃未満であったり、焼純時間が0.5時間を下回る場合には $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ の分解が十分進行せず、一方、焼純温度が850℃を超えると、焼純時間が4時間を上回る場合には、 $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ の分解により生成した $\alpha$ 相が成長して所期の強度と韌性が得られない。

統いて、この発明を実施例により比較例と対比しながら具体的に説明する。

#### <実施例>

##### 実施例 1

真空アーケ溶解して得たところの、直徑が400mmで第1表に示す如き成分組成のTi-6Al-4V合金インゴットに $\beta$ 鉄造及び $\alpha + \beta$ 鉄造を施した後( $\alpha + \beta$ 鉄造の加工度は第2表に示す通り)、直徑:170mmの押出用ビレットとした。

次いで、このビレットを用いて第2表に示す条件で押出加工を行い、焼純を施してし型材を製造した。

得られたし型材の機械的性質を調査し、その結果を第2表に併せて示した。

第2表に示される結果からも明らかなように、本発明の条件通りに製造されたし型材は強度、延性及び韌性が共に優れた値を示すのに対して、製造条件の何れかが本発明の条件を満たさないものは、上記特性の全てを満足するものとならないことが分かる。

##### 実施例 2

真空アーケ溶解して得たところの、直徑が400mmで第3表に示す如き成分組成のTi-6Al-6V-2Sn合金インゴットに $\beta$ 鉄造及び $\alpha + \beta$ 鉄造を施した後( $\alpha + \beta$ 鉄造の加工度は第4表に示す通り)、直徑:160mmの押出用ビレットとした。

次いで、このビレットを用いて第4表に示す条件で押出加工を行い、焼純を施して粗目無鋼管を製造した。

得られた粗目無鋼管の機械的性質を調査し、その結果を第4表に併せて示した。

第4表に示される結果からも、本発明の条件通りに製造された粗目無鋼管は強度、延性及び韌性

特開昭63-223155 (4)

第 1 表

化 学 成 分 (質量%)								β変態点 (℃)
AZ	V	Fe	O	H	N	C	Ti及び他の不純物	
6.20	4.20	0.15	0.18	0.001	0.01	0.01	残	1000

第 2 表

試験番号	てん+素材 の $\alpha + \beta$ 域加工度 (%)	押出条件		押出後の冷却条件		焼純条件		引張り性質				シャルビー 衝 撃 値 (kgf·m/cm <sup>2</sup> )			
		押出温度 (℃)	押出比	冷却速度 (℃/秒)	冷却終了温度 (℃)	温度 (℃)	時間 (hr)	0.2%耐力 (kgf/cm <sup>2</sup> )	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )	伸び (%)	破 れ (%)				
本発明	1	50	1050	10.0	5	500	700	4	92	105	15	40	4.5		
	2	80	1150	12.5	8	20	850	0.5	90	100	14	35	4.3		
比 較 例	3	20	1000	10.0	5	300	750	1	85	95	12	25	2.5		
	4	50	1200	10.0	5	300			82	95	12	20	2.0		
	5								82	94	10	15	2.3		
	6								80	92	10	13	2.2		
	7								86	95	10	30	2.0		
	8								82	92	10	28	2.5		
	9	70	1050	11.5	8	20	850	6	85	93	13	25	3.0		
	10	50		950	10.5	8			750	4	90	102	15	40	

(注 1) 押出比 = 押出前の断面積 / 押出後の断面積。

(注 2) \*印は、本発明の条件から外れていることを示す。

第 3 表

化 学 成 分 (質量%)										β変態点 (℃)
AZ	V	Se	Fe	Ca	O	H	N	C	Ti及び他の不純物	
5.5	5.5	2.0	0.5	0.6	0.13	0.001	0.01	0.01	残	960

第 4 表

試験番号	てん+素材 の $\alpha + \beta$ 域加工度 (%)	押出条件		押出後の冷却条件		焼純条件		引張り性質				シャルビー 衝 撃 値 (kgf·m/cm <sup>2</sup> )			
		押出温度 (℃)	押出比	冷却速度 (℃/秒)	冷却終了温度 (℃)	温度 (℃)	時間 (hr)	0.2%耐力 (kgf/cm <sup>2</sup> )	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )	伸び (%)	破 れ (%)				
本発明	11	50	1000	10.5	5	500	700	4	105	112	17	40	3.5		
	12	80	1100	12.0	8	20	850	0.5	102	110	16	38	3.5		
比 較 例	13	0	1050	10.5	5	300	750	1	95	105	10	20	1.8		
	14	50	1200	12.0	5	300			93	102	8	18	1.8		
	15								91	100	8	15	2.0		
	16								94	102	12	20	2.0		
	17								95	103	12	25	1.8		
	18								90	100	8	20	2.0		
	19								850	6	91	105	10		
	20								750	4	105	110	15		

(注 1) 押出比 = 押出前の断面積 / 押出後の断面積。

(注 2) \*印は、本発明の条件から外れていることを示す。

が共に優れた値を示すのに対して、製造条件の何れかが本発明の条件を満たさないものは上記特性の何れかに劣っていることが明らかである。

なお、前記実施例1及び2ではTi-6Al-4V合金及びTi-6Al-6V-2Sn合金についての説明に終始したが、その他の $\alpha + \beta$ 型チタン合金、例えばTi-3Al-2.5V合金、Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo合金或いはTi-6Al-2Sn-4Zr-6Mo合金等についても十分に満足できる結果が得られるることは言うまでもない。

#### <効果の総括>

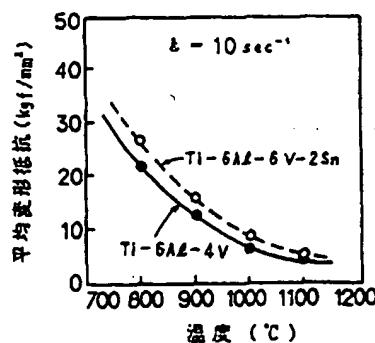
以上に説明した如く、この発明によれば、強度、延性及び韧性の面でも極めて優れた性能を有する $\alpha + \beta$ 型チタン合金押出材を製品形状・寸法に係わりなく高能率で安定製造することができ、航空機機体用材料等として一段と厳しさを増してきた要求性能を十分に満足する $\alpha + \beta$ 型チタン合金部材をコスト安く提供することが可能となるなど、その工業的意義は極めて大きいものである。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の加工温度と変形抵抗との関係を示すグラフである。

出願人 住友金属工業株式会社  
代理人 弁理士 今井 稔

### 第1図



特開昭63-223155 (6)

第1頁の続き

⑤Int.Cl.  
C 22 C 14/00

識別記号  
厅内整理番号  
Z-6735-4K

⑥発明者 山寺 芳美 兵庫県尼崎市東向島西之町1番地 住友金属工業株式会社  
钢管製造所内